

Оптимизированы условия определения Cu, Mn, Ni, Si, V, W в конструкционных легированных сталях. Изучено влияние спектральных и неспектральных помех на результаты анализа. Для получения градуировочных функций применяли стандартные растворы железа карбонильного и ГСО С9г, С15г, С18г, С19д, С20д, С21д, С22г, С23д. Градуировочные функции, представленные в координатах относительная интенсивность сигнала (отношение интенсивностей линий определяемого элемента и внутреннего стандарта, в качестве которого выбран основной компонент – железо) – концентрация определяемого элемента, линейны в диапазонах концентраций (% , масс): 0,0005 – 0,701, 0,005 – 3,41, 0,0001– 0,208, 0,74 – 4,93, 0,0009 – 0,71, 0,0005 – 3,12 - для Mn, Ni, Cu, W, V, Si, соответственно. Пределы обнаружения, рассчитанные по 3s-критерию для V, W, Si, Mn, Cu, Ni составили, соответственно, %, масс: $0,22 \cdot 10^{-2}$, $1,5 \cdot 10^{-2}$, $5,7 \cdot 10^{-2}$, $0,57 \cdot 10^{-2}$, $0,04 \cdot 10^{-2}$, $1,7 \cdot 10^{-2}$. Правильность разработанной методики определения Mn, Ni, Cr, Cu, W, V подтверждена путем анализа ГСО и сопоставления результатов с данными, полученными альтернативными методами.

ЭЛЕКТРОХИМИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА $\text{Sr}_4\text{Cu}_2\text{Ta}_2\text{O}_{11}$

Плехов Е.И., Кадникова Е.Н., Штин С.А.

Уральский федеральный университет
620002, г. Екатеринбург, ул. Мира, д. 19

Одной из важнейших задач современной аналитической химии является количественное определение тяжелых металлов в различных объектах окружающей среды. Для контроля их содержания необходимы точные, чувствительные и экспрессные методы анализа. Такими качествами обладает метод потенциометрии с использованием ионоселективных электродов (ИСЭ). Поэтому цель работы – исследовать возможность применения новых электродов в ионометрии.

На основе $\text{Sr}_4\text{Cu}_2\text{Ta}_2\text{O}_{11}$ изготовлены пленочные электроды с твердым контактом (инертные матрицы – полиметилметакрилат – ПММА, поливинилхлорид – ПВХ и полистирол – ПС). Изучены их основные характеристики, а именно: область линейности и крутизна основной электродной функции, рабочая область pH, – и определены коэффициенты потенциометрической селективности по отношению к различным ионам (табл. 1). В работе изучено поведение электродов, изготовленных различными способами.

**Таблица 1. Электрохимические характеристики ИСЭ
на основе $\text{Sr}_4\text{Cu}_2\text{Ta}_2\text{O}_{11}$**

Инертная матрица	Область линейности, моль/л	Крутизна, мВ/рМе	Рабочая область рН	Коэффициенты селективности				
				K^+	Na^+	Zn^{2+}	Ni^{2+}	Cd^{2+}
ПВХ	$1 \cdot 10^{-5} - 1 \cdot 10^{-1}$	-34,2	3,3 – 4,7	$2,7 \cdot 10^{-5}$	$1,0 \cdot 10^{-5}$	0,041	0,042	0,053
ПВХ*	$3 \cdot 10^{-4} - 1 \cdot 10^{-1}$	-26,8	3,1 – 4,8	$2,0 \cdot 10^{-5}$	$2,3 \cdot 10^{-5}$	0,074	0,041	0,051
ПММА	$3 \cdot 10^{-4} - 1 \cdot 10^{-1}$	-28,7	3,9 – 4,9	$2,4 \cdot 10^{-5}$	$4,8 \cdot 10^{-5}$	0,035	0,051	0,072
ПММА*	$1 \cdot 10^{-4} - 1 \cdot 10^{-1}$	-20,7	3,9 – 4,9	$2,2 \cdot 10^{-5}$	$3,5 \cdot 10^{-5}$	0,042	0,039	0,026
ПС	$1 \cdot 10^{-5} - 1 \cdot 10^{-1}$	-35,7	4,2 – 5,0	$1,3 \cdot 10^{-5}$	$2,1 \cdot 10^{-5}$	0,036	0,066	0,078
ПС*	$1 \cdot 10^{-5} - 1 \cdot 10^{-1}$	-29,6	4,1 – 5,2	$1,2 \cdot 10^{-5}$	$5,0 \cdot 10^{-6}$	0,032	0,038	0,041

*усовершенствованная конструкция ИСЭ

Сконструированные ионоселективные электроды испытаны в качестве индикаторных при титриметрическом определении ионов Cu^{2+} в модельных водных растворах с потенциометрической индикацией к.т.т. В качестве титранта использован раствор ЭДТА. Результаты титрования представлены в таблице 2.

**Таблица 2. Результаты определения Cu^{2+} в растворе методом потенциометрического титрования с использованием ИСЭ
на основе $\text{Sr}_4\text{Cu}_2\text{Ta}_2\text{O}_{11}$**

Инертная матрица	Введено, ммоль	Найдено, ммоль	Погрешность, %
ПВХ	0,30	0,31	3,33
ПВХ*		0,32	6,67
ПММА		0,26	13,33
ПММА*		0,27	10,00
ПС		0,26	13,33
ПС*		0,27	10,00

Погрешность определения меди не превышает 14%. По результатам титрования можно сделать вывод о возможности применения сконструированных ИСЭ для анализа не только искусственно созданных смесей, но и для определения меди в реальных объектах.

СИНТЕЗ, АТТЕСТАЦИЯ И СВОЙСТВА ТВЕРДЫХ РАСТВОРОВ

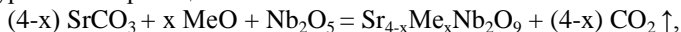
$\text{Sr}_{4-x}\text{Me}_x\text{Nb}_2\text{O}_9$ (Me – Zn, Cd)

Юровская Н.Л., Суханов А.С., Подкорытов А.Л.

Уральский федеральный университет
620002, г. Екатеринбург, ул. Мира, д. 19

Одним из экспрессных и надежных методов анализа водных объектов является ионметрия, развитие которой связано с внедрением новых ионоселективных электродов в практику потенциометрического анализа. В данной работе продолжено изучение поведения кадмийселективных электродов на основе $\text{Sr}_{4-x}\text{Cd}_x\text{Nb}_2\text{O}_9$ ($x = 0,1; 0,3; 0,5; 0,7$) и изучена возможность применения смешанных ниобатов стронция-цинка $\text{Sr}_{4-x}\text{Zn}_x\text{Nb}_2\text{O}_9$ ($x = 0,1; 0,3; 0,5; 1$) в качестве материала мембран цинкселективных электродов, а также определены их основные электрохимические характеристики.

Твердые растворы $\text{Sr}_{4-x}\text{Me}_x\text{Nb}_2\text{O}_9$ синтезировали по стандартной керамической технологии методом твердофазного синтеза по следующему уравнению реакции:



где Me – Zn, Cd, $x = 0,1; 0,3; 0,5; 0,7; 1$.

Однофазность всех образцов подтверждена методом рентгенофазового анализа.

Проведен теоретический анализ существования смешанных ниобатов с перовскитоподобной структурой. Все исследуемые Cd- и Zn-содержащие твердые растворы по фактору толерантности и по критерию электроотрицательности входят в область существования перовскитоподобных фаз.

Проведено гранулометрическое исследование образцов смешанных ниобатов. Распределение количества частиц по их размерам близко к нормальному.

На основе данных материалов были изготовлены пленочные электроды с твердым контактом (инертные матрицы – поливинилхлорид и полиметилметакрилат). В работе определены: рабочая область pH, область линейности и крутизна электродной функции, время отклика электродов.